

ROPA NAFTOWA I JEJ PRZETWORY	NORMA BRANŻOWA	BN-74 0535-39
	Przetwory naftowe Oznaczanie własności dyspergujących	
		Grupa katalogowa II 29

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania własności dyspergujących olejów smarowych.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do laboratoryjnego badania olejów silnikowych i wielozadaniowych, świeżych i po pracy, a także do oceny efektywności dodatków dyspergujących.

1.3. Określenia. Umowny wskaźnik W , charakteryzujący własności dyspergujące oleju (im mniejsza jest wartość wskaźnika W , tym olej ma lepsze własności dyspergujące) jest to średnia wartość tangensa kąta nachylenia określonej części krzywej (rys. 6) otrzymanej z fotometrowania chromatograficznej plamy olejowej.

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania polega na fotometrycznym pomiarze stopnia zaczernienia plamy chromatograficznej otrzymanej w ściśle określonych warunkach.

Wskaźnik W oblicza się wg 2.4, przyjmując odpowiednie dane z wykresu wg rys. 6.

2.2. Przyrządy i materiały

a) Przyrząd do fotometrowania (1) – zmodyfikowany miliwoltomierz rejestrujący (rys. 1) spełniający następujące wymagania:

zakres pomiarowy 150 mV,
czułość 0,01 mV,
oporność wejściowa 250 Ω /mV,
dokładność rejestracji $\pm 0,5\%$,
szerokość papieru ≥ 250 mm,
prędkość przesuwu papieru 20 mm/min ,

rodzaj zapisu

ciągły lub punktowy, minimum
1 punkt/2,5 s.

Układ optyczny (schemat elektryczny – rys. 2) zmodyfikowanego miliwoltomierza złożony jest z następujących zespołów:

– źródło światła (2) – żarówka miniaturowa 16 V/60 mA, umieszczona wraz z soczewką skupiającą o ogniskowej 10 ± 15 mm w obudowie eliminującej rozproszenie światła,
– detektor (3) – fotodioda typ FG2 z soczewką skupiającą połączone szeregowo z opornikiem regulacyjnym 4 ,

– opornik regulacyjny (4) – opornik dekadowy o trzech dekadach $\times 1000$, $\times 100$, $\times 10 \Omega$, klasa nie gorsza niż 0,05, spełniający wymagania PN-72/E-06508; napięcie występujące na oporniku podawane jest na wejście 1 miliwoltomierza rejestrującego,

– zasilacz źródła światła (5) – prostownik jednopółprzewodnikowy zaopatrzony w filtr RC i stabilizowany diodą Zenera typ BZ 2/C16 zasilający bezpośrednio źródło światła,

– zasilacz detektora (6) – prostownik jak wyżej, zasilający detektor połączony szeregowo z opornikiem regulacyjnym 4 .

Połączenie zasilaczy ze źródłem światła i detektorem należy wykonać jako instalację z uziemionym minusem.

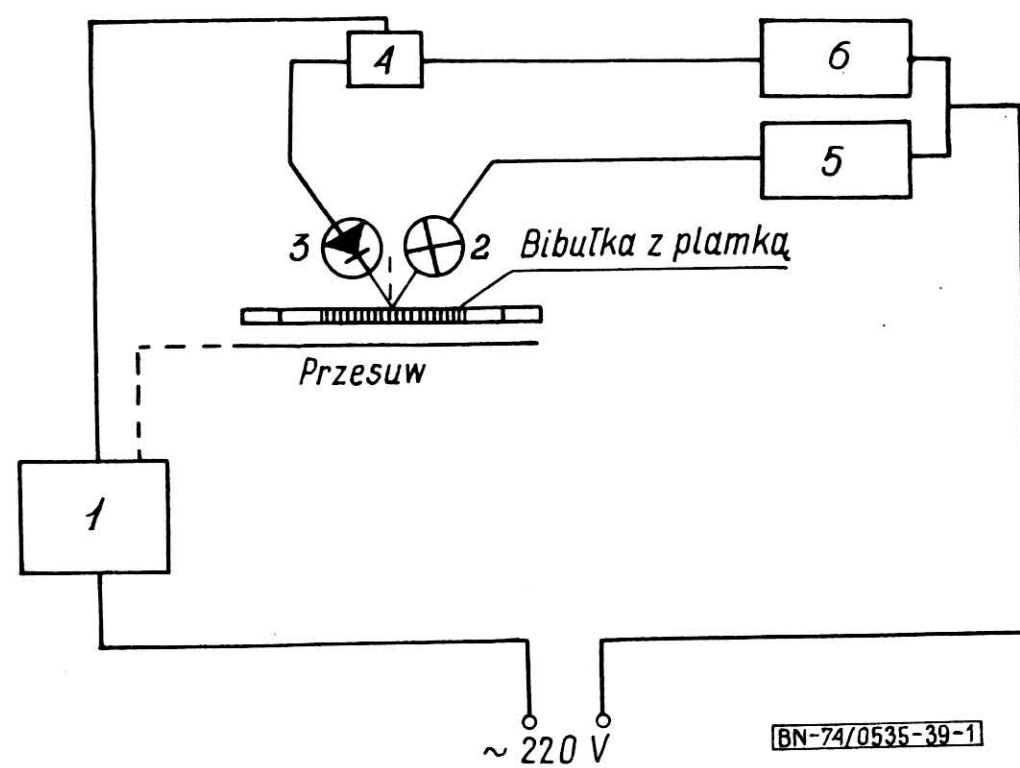
Połączenia przez opornik regulacyjny – miliwoltomierz należy wykonać przewodem ekranowym.

b) Homogenizator – Homogenizator typ 302 produkcji Spółdzielni Pracy MECHANIKA PRECYZYJNA, Warszawa, z naczyniem (rys. 3) oraz mieszadłem (rys. 4).

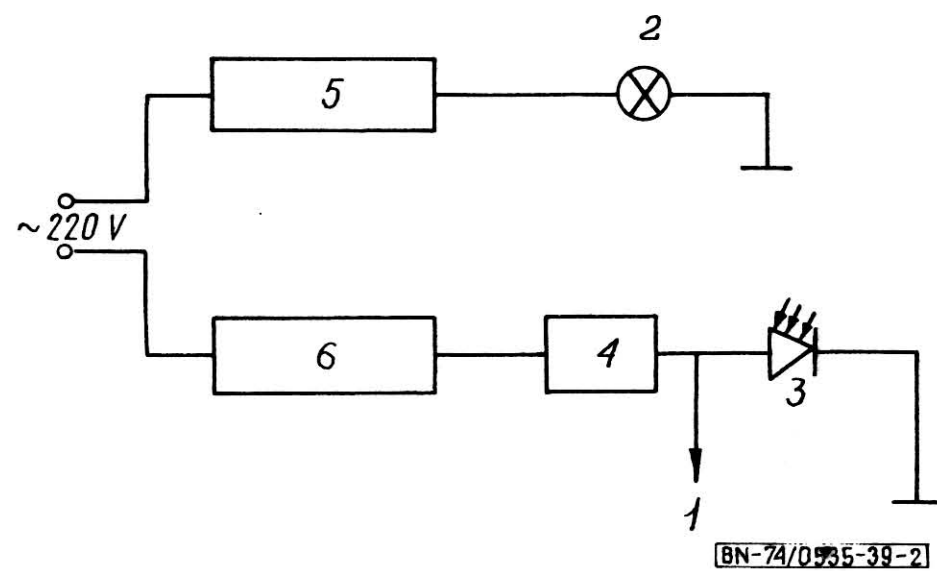
Wkładka powinna być wykonana ze stali 1H18N9T wg PN-71/H-86020.

c) Płyty poziome (rys. 5).

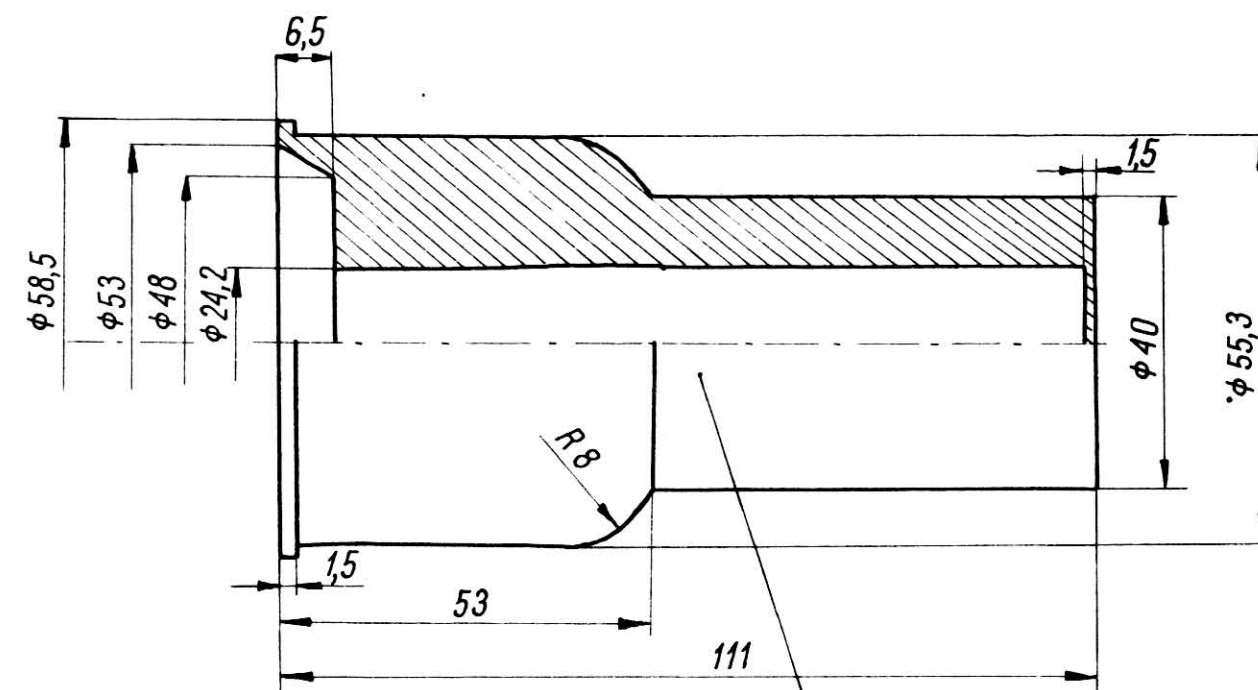
Zgłoszona przez Instytut Lotnictwa
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Lotniczego i Silnikowego PZL dnia 20 listopada 1974 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych w normie od dnia 28 lutego 1975 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 4/1975 poz. 11)



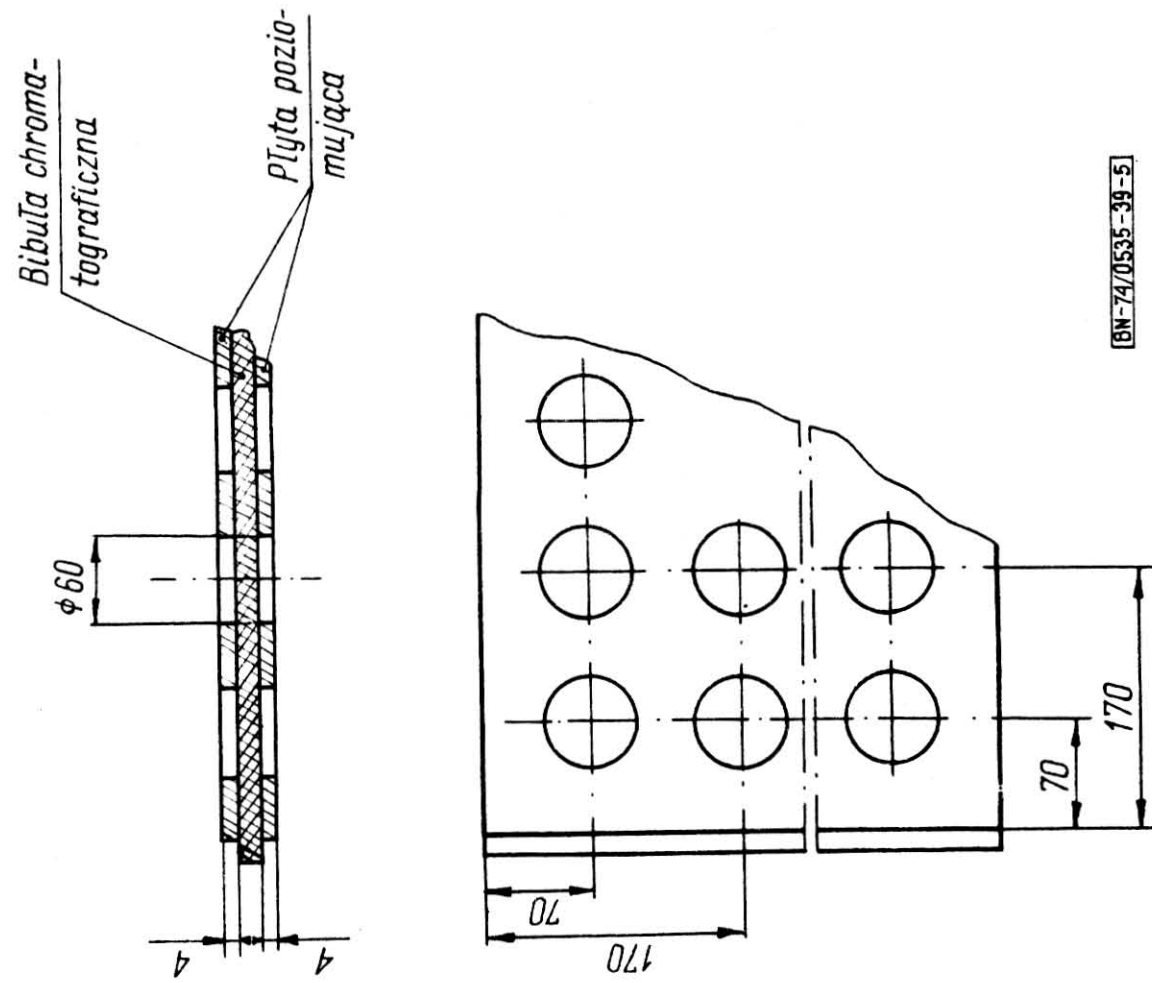
Rys. 1



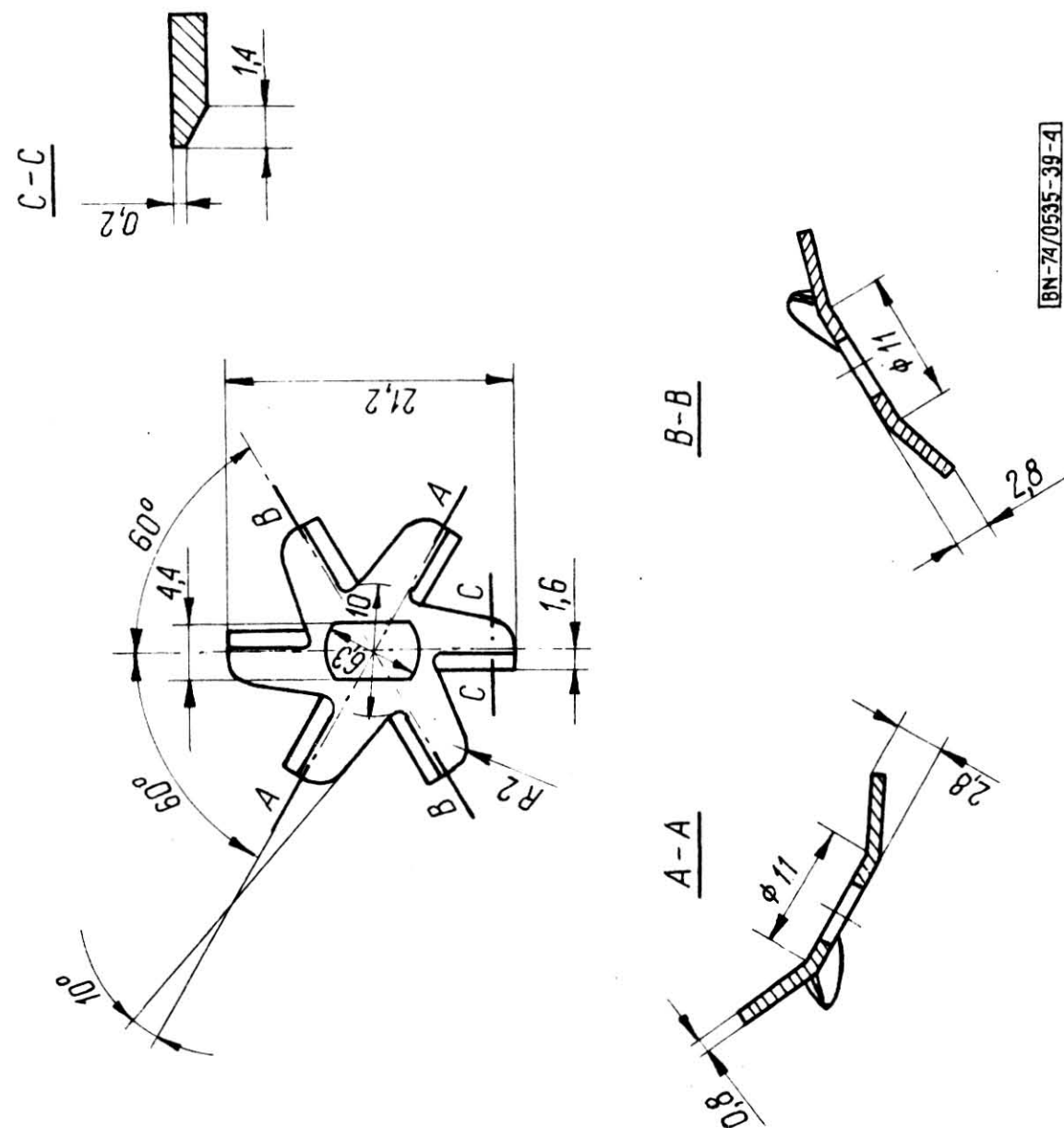
Rys. 2



Rys. 3



Rys. 5



Rys. 4

d) Pipeta szklana, pojemności 2 ml z działką elementarną 0,02 ml, z przytopioną kapilarą o średnicy $0,73 \pm 0,02$ mm i długości ≥ 20 mm.

e) Zlewka pojemności 100 ml.

f) Termometr laboratoryjny o zakresie pomiarowym do 250°C z podziałką co 1°C .

g) Sekundomierz.

h) Łaźnia z termoregulacją lub inne urządzenie umożliwiające utrzymanie temperatury $200 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

i) Bibuła do chromatografii, Whatman nr 1.

j) Sadza otrzymywana w następujący sposób: tygiel porcelanowy wypełniony do $\frac{2}{3}$ pojemności mineralnym olejem silnikowym należy ogrzewać pod wyciągiem na elektrycznej płytce grzejnej. Nad tygłem należy umieścić w odległości 10 ± 20 cm pod kątem około 30° płytkę metalową. Następnie zapalić olej w tyglu i tak wyregulować ogrzewanie, aby olej spalał się kopczącym płomieniem. Osadzającą się na płytce sadzę należy przesiać przez sito o wymiarze oczek $0,063$ mm wg PN-71/M-94008. Otrzymaną w ten sposób sadzę należy przechowywać w szklanym naczyniu z doszlifowanym korkiem.

k) Wiskozator polimetakrylan¹⁾.

2.3. Wykonanie oznaczania

2.3.1. Przygotowanie plamy chromatograficznej. W przypadku badania oleju świeżego przygotować dwie zawiesiny sadzy w badanym oleju o stężeniu 0,1 i 0,3%, postępując następująco: w naczynku homogenizatora odważyć z dokładnością 0,02 g, 10 g badanego oleju pobranego zgodnie z PN-66/C-04000, po czym wsypać odpowiednio 0,01; 0,03 g sadzy zważonej z dokładnością 0,0002 g; naczynie umieścić w homogenizatorze i ujednolodzić zawartość w ciągu 1 min przy prędkości 10 000 obr/min. Jeżeli przypuszcza się, że w skład oleju świeżego wchodzi brightstock, należy do oleju świeżego dodać 0,5% wag. wiskozatora (np. Garbacryl E66), rozpuścić go ogrzewając do temperatury nie wyższej niż 60°C , po czym po ochłodzeniu do temperatury pokojowej przygotować zawiesinę sadzy postępując jak wyżej. Dodatek polimetakrylanu do oleju nie zawierającego brightstocku nie wpływa w sposób znaczący na zmianę własności dyspergujących. Pipetę z przytopioną kapilarą napełnić do pojemności 2 ml świeżo przygotowaną zawiesiną, po czym umieścić ją pionowo, w położeniu centralnym nad bibułą tak, aby wylot kapilary znajdował się w odległości 1,5 mm od powierzchni bibuły, a czoło kropli dotykało jej powierzchni. Bibuła powinna być uprzednio umieszczona między dwoma spoziomowanymi płytami.

Kapilarę należy pozostawić nad bibułą aż $0,08 \pm 0,005$ ml oleju spłynie na bibułę, po czym podnieść kapilarę i wykonać dwie następne plamy. Bibułę z naniesionymi plamami

zabezpieczyć przed zakurzeniem i pozostawić w temperaturze pokojowej.

W przypadku badania olejów przepracowanych należy pobraną próbkę oleju ujednolodzić przez wytrząsanie ręczne lub automatyczne w naczyniu wypełnionym co najwyżej do $\frac{2}{3}$ objętości, po czym ujednolodzoną próbkę napełnić kapilarę i postępując jak przy badaniu olejów świeżych wykonać plamy chromatograficzne.

Następnie próbkę badanego ujednolodzonego oleju ogrzać w zlewce do temperatury $200 \pm 5^{\circ}\text{C}$ i utrzymywać w tej temperaturze przez 10 min. Ogrzanym olejem szybko napełnić pipetę, powyżej kreski odpowiadającej objętości 2 ml, zabezpieczyć ją przed wyciekem oleju przez nałożenie rurki gumowej ze ściskaczem i umieścić ją w pozycji pionowej, aż do ochłodzenia do temperatury otoczenia, po czym wykonać, postępując w sposób wyżej opisany, plamy chromatograficzne.

Podwyższenie wartości wskaźnika W przy wykonywaniu oznaczania po ogrzaniu oleju do temperatury 200°C wskazuje, iż własności dyspergujące oleju są na poziomie granicznym.

Przy stosowaniu omawianej metody do badania efektywności dodatków dyspergujących, przygotować roztwory badanych dodatków o różnych założonych stężeniach w oleju bazowym, po czym przygotować zawiesinę sadzy w badanych roztworach postępując tak samo jak w przypadku badania oleju świeżego.

W każdym przypadku należy wykonać co najmniej trzy plamy chromatograficzne.

2.3.2. Fotometrowanie plamy chromatograficznej. Po upływie 48 h od wykonania plam chromatograficznych wyciąć prostokątną bibułę o wymiarach około 100×100 mm z centralnie umieszczoną plamą olejową i umieścić na papierze rejestratora, tak aby wiązka światła padającego w momencie rozpoczęcia fotometrowania padała na bibułę poza plamą olejową w punkcie leżącym na przedłużeniu średnicy plamy olejowej równoległej do kierunku przesuwu. Odchylenie od średnicy nie powinno być większe niż ± 2 mm. Ustawić pisak rejestratora opornikiem regulacyjnym na wartość początkową skali 140 jednostek, odpowiadającą natężeniu wiązki optycznej odbitej od czystej bibuły poza plamą olejową i włączyć napęd papieru.

Fotometrować plamę olejową wzdłuż średnicy w sposób ciągły przy parametrach pracy zmodyfikowanego miliwoltomierza podanych w 2.2a). Zakończyć fotometrowanie, gdy pisak powróci do położenia początkowego skali, odpowiadającego natężeniu wiązki odbitej od czystej bibuły.

2.4. Obliczanie wyników. Umowny wskaźnik W obliczyć wg wzoru

$$W = \frac{2H}{D_1 - D_2}$$

¹⁾Np. Garbacryl E66 lub inny jego odpowiednik.

w którym:

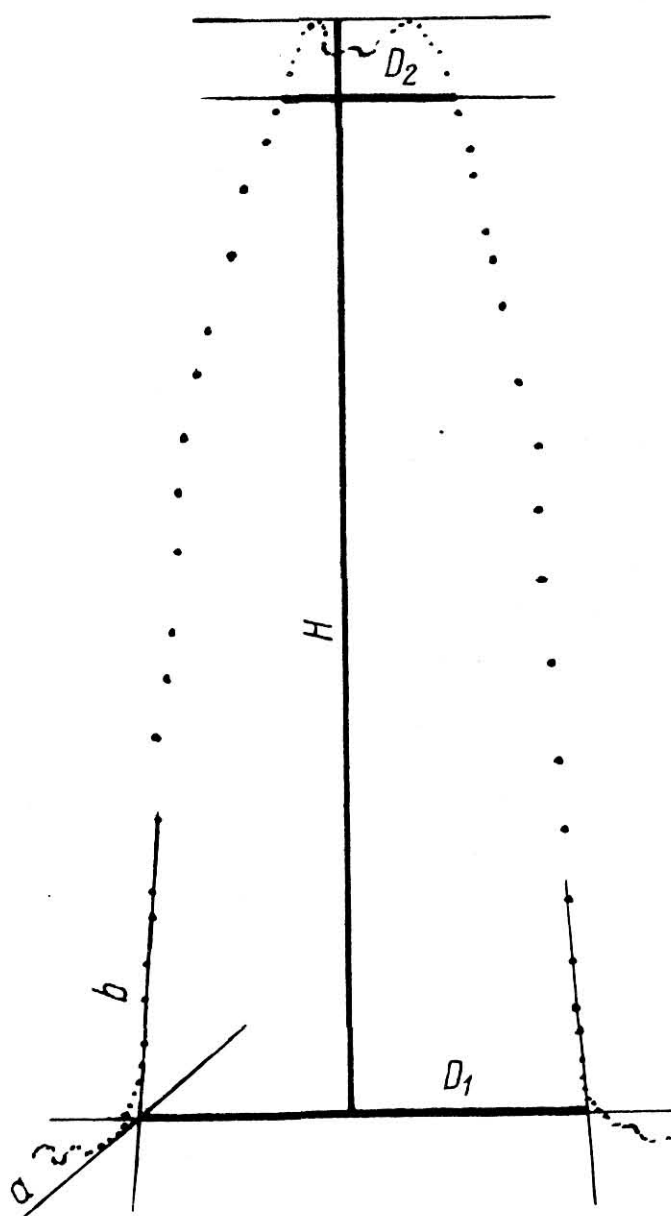
D_1 – odcinek prostej poziomej poprowadzonej z punktu przecięcia się stycznych a i b , mm,

D_2 – odcinek prostej równoległej do D_1 leżącej w odległości 10 mm od najwyższego punktu wykresu odpowiadającego maksymalnemu zaczernieniu plamy, mm,

H – odcinek prostej prostopadłej do D_1 , mm.

H , D_1 i D_2 – wartości zmierzone z wykresu wg rys. 6.

2.5. Wynik końcowy. Za wynik końcowy należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch pomiarów, nie różniących się od średniej arytmetycznej więcej niż $\pm 3\%$.



BN-74/0535-39-6

Rys. 6

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę – Instytut Lotnictwa, Warszawa,

2. Normy związane

PN-66/C-04000 Ropa naftowa i przetwory naftowe. Pobieranie próbek

PN-72/E-06508 Oporniki dekadowe. Ogólne wymagania i badania

PN-71/H-86020 Stal odporna na korozję (nierdzewna i kwasoodporna). Gatunki

PN-71/M-94008 Sita i siatki z drutu. Wymiary oczek

3. Autorzy projektu normy – mgr inż. Alina Łobarzewska, dr Wiesław Szachnowski,

4. Przykład podawania wyników

a) Własności dyspergujące olejów świeżych

– olej o bardzo dobrych własnościach dyspergujących:

W – 0,1% sadzy – 7,2

W – 0,3% sadzy – 9,0.

– olej o dobrych własnościach dyspergujących:

W – 0,1% sadzy – 12,0,

W – 0,3% sadzy – 15,2,

b) Własności dyspergujące olejów po pracy

– olej o dobrych własnościach dyspergujących:

W – – 13,2,

$W_{200^{\circ}\text{C}}$ – 13,6,

– olej o złych własnościach dyspergujących:

W – – 27,3,

$W_{200^{\circ}\text{C}}$ – 30,4.

5. Uwagi do wydania II. Wydanie bez zmian.